

ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ БИС-(ДИЭТОКСИФОСФИРИЛ)АЛКАНОВ

Плотникова К.А.⁽¹⁾, Первова М.Г.⁽²⁾, Чижов Д.Л.⁽²⁾, Пестов А.В.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт органического синтеза УрО РАН

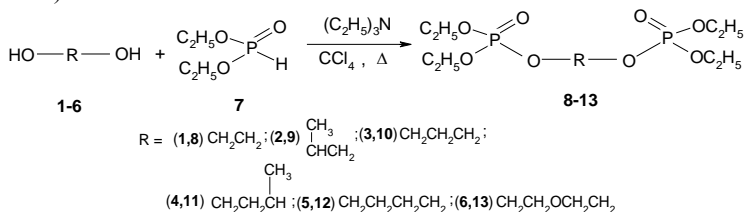
620137, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, д. 22

Гликоли являются широко используемыми соединениями, применяемыми в химической, авиационной, электротехнической, текстильной промышленности и многих других. Широко используются в качестве пластификаторов, увлажнителей, а также в качестве и в составе антиобледенительной жидкости – антифриза.

Основным препятствием при определении гликолей с использованием газохроматографического (ГХ) метода является склонность этих соединений, за счет имеющихся гидроксигрупп, сорбироваться на поверхностях колонки и неподвижной фазы, что ведет к асимметрии пиков, нелинейности отклика детектора, уширению пиков при вводе малых количеств и даже к исчезновению пиков.

Для улучшения хроматографических свойств гликоли принято определять в виде производных – ацетатов, эфиров бутил- или фенилборной кислоты и др.

В нашей работе предложено определять гликоли в виде бис-(диэтоксифосфорил)алканов. Фосфорилирование гликолей **1-6** диэтилфосфитом **7** проводили в условиях реакции Атертона-Тодда. Образование эфиров **8-13** подтверждали методом хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС).



В работе использовали газовый хроматограф/масс-спектрометр Agilent GC 7890A MS 5975C Inert XL EI/CI с кварцевой капиллярной колонкой HP-5MS, масс-спектры регистрировали в режиме электронной ионизации (70 эВ).

В масс-спектрах всех эфиров отсутствуют пики молекулярных ионов, но присутствуют пики депротонированных ионов $[\text{M}-\text{H}]^+$ с ин-

тенсивностью 0.1–0.4 %. Основным направлением фрагментации молекулярных ионов является последовательный отрыв диэтилфосфорильных группировок с образованием пиков ионов $[M-CH_3]^+$, $[M-C_2H_3O]^+$, $[M-C_3H_5O]^+$, $[M-C_4H_9O]^+$, $[M-C_4H_{11}PO_4]^+$. Высокоинтенсивными, а иногда и базовыми, пиками являются пики ионов с m/z 29 $[C_2H_5]$, m/z 81 $[C_6H_9]$, m/z 99 $[C_5H_7O_2]$, m/z 109 $[CH_2PO_4]$, m/z 125 $[C_2H_6PO_4]$, m/z 155 $[C_4H_{12}PO_4]$, m/z 181 $[C_6H_{14}PO_4]$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Уральского отделения РАН (проект № 12-М-123-2045).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРОКА ДАВНОСТИ НАПИСАНИЯ РУКОПИСНЫХ ТЕКСТОВ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Некрасова Е.Н.

Тверской государственный университет
170100, г. Тверь, Садовый пер., д. 35

Экспертизу давности написания рукописного документа используют для определения настоящей даты его создания. Необходимость решения данной задачи возникает в тех случаях, когда имеются сомнения в том, что исследуемый материал выполнен во время, которое соответствует указанной на нем дате.

Цель исследования заключается в разработке метода определения давности написания рукописного документа, исключающего проблему надобности достаточного количества образцов для проведения сравнительного анализа. На данный момент, если для анализа предоставлен единственный документ, а в архиве образцов отсутствуют подходящие экземпляры, то экспертизу не проводят. Данный метод позволяет при помощи спектрофотометрических характеристик чернил, использованных при написании документа, определить давность написания документа в интервале от 0 мес. до 30 мес., используя всего один документ для экспертизы.

Также этот метод исключает проблему ненадлежащего состояния документа. На данный момент, если в результате неправильного хранения или умышленной порчи документ значительно видоизменен или утеряны первоначальные характеристики документа, то экспертизу не проводят. Данный метод позволяет использовать всего 6 отрезков штрихов образца размерами 1 см или 2 см. Тем самым позволяет использовать документы, дату создания которых другими способами экспертизы не определить.